تأثیر اندازه‌ی دانه بر عمق نفوذ نیتروژن در ساختارهایی از فولاد با اندازه‌ی دانه متفاوت CK45 *

نگار عباسی اول[۱]		خدیجه فرجام حاجی آقا[۲]		حسین آقاجانی[۳]

چکیده

*در این تحقیق، تأثیر اندازه‌ی دانه بر میزان نفوذ نیتروژن در فولاد CK45 بررسی شده است. به‌منظور به‌دست آوردن ریزساختارهایی از فولاد با اندازه‌ی دانه‌ی مختلف، نمونه‌های تهیه شده از این فولاد در دماها و زمان‌های مختلف تاب‌کاری و نرماله شدند. ریزساختار نمونه‌ها پس از انجام عملیّات حرارتی، با استفاده از میکروسکپ مطالعه شد. اندازه‌ی دانه‌ی نمونه‌ها، با استفاده از نرم افزار کِلمکس (Clemex) اندازه‌گیری شد. سپس، نمونه‌ها به‌روش پلاسمای DC **نیتروژن‌دهی شدند** و بعد از انجام این عملیّات، دوباره متالوگرافی انجام شد. نمونه‌ها با استفاده از میکروسکپ‌های نوری و الکترونی روبشی و با انجام آزمون پراش پرتوی ایکس مطالعه شدند. نتایج نشان دادند که یک معادله‌ی توانی را می‌توان برای تغییرات عمق نفوذ بر حسب چگالی مرز دانه (GBD) پیشنهاد کرد.*

واژه‌های کلیدی فولاد CK45، عملیّات حرارتی، نیتروژن‌دهی پلاسمایی، اندازه‌ی دانه، عمق نفوذ.

The Effect of Grain Size on Diffusion of Nitrogen in Heat Treated CK45 Plain Carbon Steel

N. Abbasi aval		kh. Farjam		h. Aghajani

Abstract

In this study, the effect of grain size on nitrogen diffusion into CK45 steel has been investigated. In order to obtain structures with different grain sizes, the steel samples were annealed and normalized at various temperatures and times. After heat treatment, the microstructures of test samples were analyzed by optical microscope .The grain size was determined using Clemex software. Specimens were then exposed to DC plasma nitriding treatment and they were analyzed again using optical and scanning electron microscopes as well as through X-ray diffraction technique. The results showed that a power-law equation may be obtained for the variations of diffusion depth versus the grain boundary density (GBD). According to this equation, the diffusion depth decreases with a decrease in the grain size of the steel.

Key Word CK45 Steel, Heat treatment, Plasma Nitriding, Grain size, Diffusion depth.

* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۱۱/۳ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۳/۲/۱۰ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده‌ی مسئول، دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژِی، دانشگاه علم و صنعت ایران

(۲) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند

(۳) استادیار، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز

مقدمه

امروزه، نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌عنوان یک روش سخت کردن سطحی در گستره‌ی وسیعی از صنایع مرتبط با محصولات آهن، چدن، تیتانیم و سایر فلزات، به‌کار می‌رود. تعداد زیادی از متغیرهای عملیّاتی که به‌طور دلخواه انتخاب می‌شوند و دقیقاً با محدودیّت‌های وسیع تنظیم می‌شوند، این امکان را فراهم می‌کنند تا ساختارهای مخصوص و خواصی که در محصولات نیتروژن‌دهی شده‌ی معمولی یافت نمی‌شوند، توسط نیتروژن‌دهی پلاسمایی ایجاد شوند. به‌همین علّت، نیتروژن‌دهی پلاسمایی در بسیاری از موارد بر فرایندهای نیتروژن‌دهی معمولی مقدّم است [1]. این فرایند، مقاومت به خوردگی [6-2]، سایش [7]، و خستگی [8.9]، را در اکثر قطعات به‌طور مؤثری بهبود می‌دهد و فرایندی تمیز از دیدگاه زیست محیطی است [10]. افزون بر این، ابداع نیتروژن‌دهی پلاسمایی امکان کاربرد آن را در مورد فولادهای ساده‌ی کربنی (غیر آلیاژی) فراهم کرده است [8]. واضح است که پیش عملیّات فولاد مانند آلیاژسازی، کار سرد و عملیّات حرارتی، می‌تواند خواص آن را به‌طور قابل ملاحظه‌ای تغییر دهد [11]. در حالت کلی، آلیاژسازی و کار سرد، سطح تنش و استحکام کششی ماده را تعیین می‌کند، در حالی‌که عملیّات حرارتی، ریزساختار و اندازه‌ی دانه و در نهایت، نفوذ را تحت تأثیر قرار می‌دهد. کاهش اندازه‌ی دانه فولاد از ۱۰۰۰ µm تا nm ۱۳، باعث افزایش نفوذ به‌میزان ۱۰۰۰ برابر در فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی می‌شود [12]. در تحقیقاتی که در مورد تأثیر اندازه‌ی دانه و نفوذ نیتروژن در فولاد زنگ نزن و فولاد ابزار صورت گرفته است، مشاهده شده است که عملیّات تاب‌کاری با افزایش اندازه‌ی دانه، نفوذ را کاهش می‌دهد و عملیّات نرماله کردن با کاهش اندازه‌ی دانه، باعث افزایش نفوذ نیتروژن در فولاد می‌شود [13,14]. البته تاکنون رابطه‌ی دقیقی برای تعیین ارتباط دقیق نفوذ نیتروژن با اندازه‌ی دانه در فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی ارائه نشده است. هدف از انجام این مطالعه، تحقیق در مورد تأثیر اندازه‌ی دانه بر عمق نفوذ نیتروژن در ساختارهایی با اندازه‌ی دانه‌ی متفاوت در فولاد ساده‌ی کربنی CK45 است.

مواد مصرفی و روش تحقیق

در این تحقیق، از فولاد CK45 (AISI 1045) استفاده شد. فولاد CK45، یک فولاد غیرآلیاژی است که جزو فولادهای ماشین‌سازی و ساختمانی طبقه‌بندی می‌شود [1]. ترکیب شیمیایی این فولاد در جدول (۱) ارائه شده است.

نمونه‌های آزمایش به‌شکل دیسک‌هایی به‌قطر ۲ سانتی‌متر و ارتفاع ۱ سانتی‌متر از یک میل‌گرد به‌قطر ۵ سانتی‌متر و طول ۱۵ سانتی‌متر، بریده شدند. به‌منظور مطالعه‌ی تأثیر اندازه‌ی دانه بر میزان نفوذ نیتروژن، فرایندهای عملیّات حرارتی تاب‌کاری و نرماله کردن در دماهای مختلف بر روی نمونه‌ها انجام شدند. برای تاب‌کاری نمونه‌ها، از شش دمای ۸۰۰، ۸۲۰، ۸۴۰، ۸۶۰، ۸۸۰ و ۹۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد استفاده شد. هر یک از نمونه‌ها، به‌مدّت زمان ۳۰ دقیقه در دمای آستنیته شدن قرار گرفت و سپس، در کوره‌ی خاموش سرد شد. برای نرماله کردن نمونه‌ها، از چهار دمای ۸۶۰، ۸۸۰، ۹۰۰ و ۹۲۰ درجه‌ی سانتی‌گراد استفاده شد [۱۵].

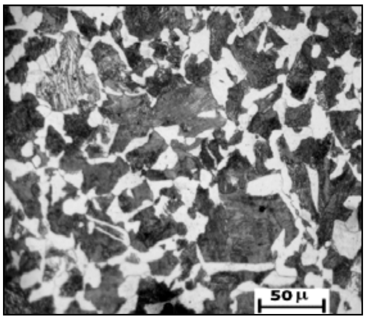
جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد CK45 (روش اندازه گیری: کوانتومتری)

عنصر	C	Si	Mn	P	Cr	Mo	Ni	Fe
درصد وزنی	۰/۴۴۸	۰/۲۵۱	۰/۶۶۰	۰/۰۱۵	۰/۰۴۹	۰/۰۱۷	۰/۰۵۸	باقی‌مانده

هر یک از نمونه‌ها، به‌مدّت زمان ۱۵ دقیقه در دمای آستنیته شدن قرار گرفت و سپس، در هوا سرد شد. پس از انجام عملیّات حرارتی، ریزساختار نمونه‌ها با میکروسکپ نوری مطالعه شد و اندازه‌ی دانه‌ی نمونه‌ها با استفاده از نرم‌افزار کِلمکس (Clemex) اندازه‌گیری شد. سپس، همه‌ی نمونه‌ها شامل نمونه‌هایی مرجع و عملیّات حرارتی شده، تحت عملیّات نیتروژن‌دهی پلاسمایی قرار گرفتند. نیتروژن‌دهی پلاسمایی با ترکیب گاز ٪۲۵H_2 - ٪۷۵N_2، در دمای ۵۵۰ $^{\circ}C$ به‌مدّت زمان ۵ ساعت به‌وسیله‌ی دستگاه پالسی جریان مستقیم در مقیاس نیمه صنعتی و با دامنه‌ی ولتاژ ۵۰۰ تا ٦٥٠ ولت، شدّت جریان ۲ تا ۳/۵ آمپر و تحت فشار ۱ تا ۱۰ میلی‌اتمسفر، انجام شد. نمونه‌ها پس از انجام عملیّات نیتروژن‌دهی پلاسمایی، دوباره متالوگرافی شدند و برای بررسی عمق نفوذ نیتروژن، تحت بررسی‌های میکروسکپ نوری و الکترونی روبشی قرار گرفتند. عمق نفوذ، با استفاده از نرم‌افزار کِلمکس (Clemex) اندازه‌گیری شد. افزون بر این، به‌منظور تعیین ساختار فازی لایه‌ی ترکیبی، نمونه‌ها تحت آنالیز پراش پرتوی ایکس قرار گرفتند. سختی نمونه‌ها قبل از عملیّات نیتروژن‌دهی، به‌روش ویکرز و با نیروی ٦٢/۵ کیلوگرم با استفاده از فرورونده‌ی الماسی به‌شکل هرم مربع‌القاعده، اندازه‌گیری شد. پس از نیتروژن‌دهی، سختی نمونه‌ها توسط دستگاه ریزسختی سنج با نیروی ۲۵ گرم، اندازه‌گیری شد.

نتایج و بحث

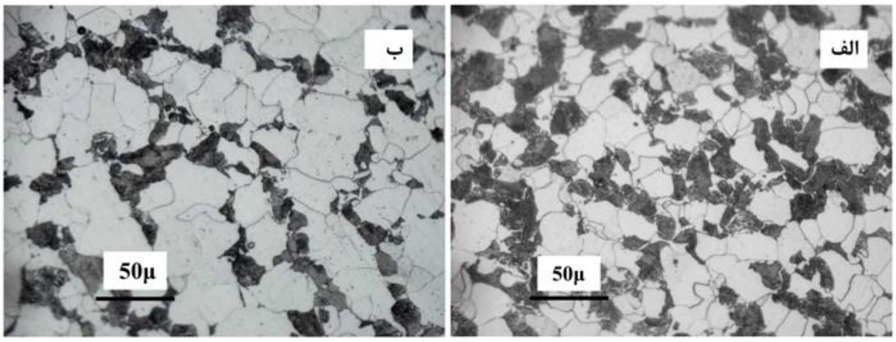
در شکل (۱)، تصویر میکروسکپ نوری از نمونه‌ی مرجع نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل دیده می‌شود، ریزساختار فولاد شامل مناطق فریت (سفید رنگ) به‌همراه بسته‌های پرلیت (تیره) می‌باشد. سختی این نمونه، در حدود ۲٤۳/۳ ویکرز اندازه‌گیری شد.



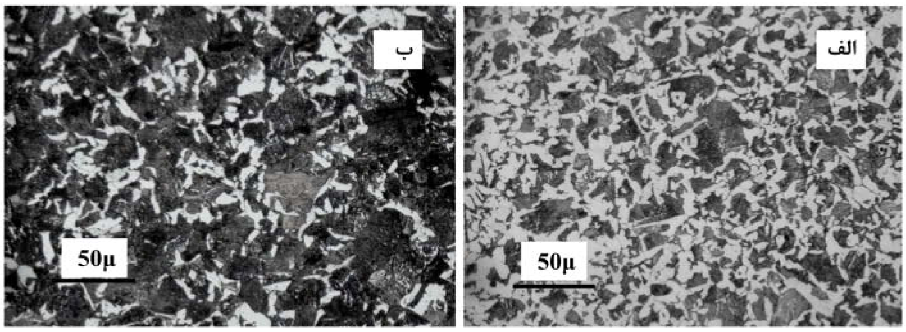
شکل ۱ تصویر میکروسکپ نوری از نمونه‌ی مرجع

تعدادی از تصویرهای میکروسکپ نوری از نمونه‌های تاب‌کاری شده، در شکل (۲) ارائه شده‌اند. همان‌گونه که در این شکل دیده می‌شود، ریزساختار هنوز هم شامل فاز فریت و بسته‌های پرلیت است. با توجه به نوع فرایند عملیّات حرارتی (تاب‌کاری)، اندازه‌ی دانه‌ی فریت بزرگ‌تر از نمونه‌ی مرجع است. این را می‌توان به‌علّت رشد دانه‌های فریت در اثر قرارگیری در دمای عملیّات حرارتی نسبت داد. عوامل مربوط به اندازه‌ی دانه‌ی این نمونه‌ها به‌همراه سختی آن‌ها، در جدول (۲) ارائه شده‌اند. نتایج ارائه شده در این جدول، بیان‌گر آن هستند که با افزایش دمای تاب‌کاری، اندازه‌ی دانه افزایش می‌یابد. این رفتار به‌دلیل رشد دانه‌های آستنیت و در نتیجه، رشد دانه‌های فریت پس از استحاله‌ی آستنیت به فریت است. تعدادی از تصویرهای میکروسکپ نوری نمونه‌های نرماله شده، در شکل (۳) آمده‌اند. همان‌طور که در این شکل مشاهده می‌شود، در ریزساختار هنوز هم فاز فریت و بسته‌های پرلیت وجود دارند. با توجه به نوع فرایند عملیات حرارتی (نرماله کردن)، اندازه‌های فریت و پرلیت کوچک‌تر از نمونه‌های مرجع و تاب‌کاری شده هستند. این را می‌توان به سرعت سرد شدن نمونه‌ها نسبت داد که در این حالت، بیش‌تر از نمونه‌های تاب‌کاری شده است. عوامل مربوط به اندازه‌ی دانه‌های این نمونه‌ها به‌همراه سختی آن‌ها، در جدول (۲) آورده شده است. نتایج ارائه شده در این جدول، بیان‌گر آن است که با افزایش دما، سختی کاهش می‌یابد. افزون بر این، مشاهده می‌شود که با

افزایش دمای نرماله کردن، اندازه‌ی دانه افزایش می‌یابد. این رفتار، به‌دلیل رشد دانه‌های آستنیت و در نتیجه، رشد دانه‌های فریت پس از استحاله‌ی آستنیت به فریت است. پس از نیتروژن‌دهی، سطح نمونه‌ها ابتدا توسط پرتوی ایکس بررسی شد. فازهای تشکیل شده در سطح همه‌ی نمونه‌ها، شامل $Fe_{2-3}N$ و Fe_4N بودند. تشکیل این فازها در سطح فولاد CK45، در تحقیق محبوبی و فتاح [16]، که از روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی استفاده شده است نیز گزارش شده است.



شکل ۲ تصویرهای میکروسکپ نوری مربوط به نمونه‌های تاب‌کاری شده در دمای ۸۶۰ °C (الف) و ۹۰۰ °C (ب).



شکل ۳ تصویرهای میکروسکپ نوری مربوط به نمونه‌های نرماله شده در دمای ۸۶۰ °C (الف) و ۹۰۰ °C (ب).

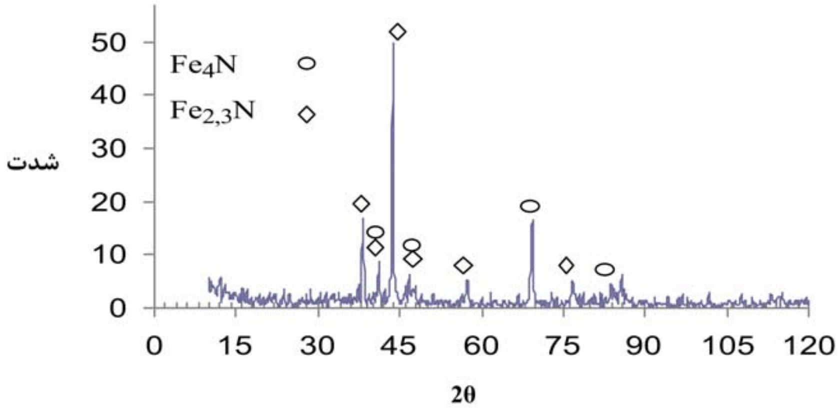
جدول ۲ اندازه‌ی دانه و سختی نمونه‌های تاب‌کاری شده و نرماله شده قبل از نیتروژن‌دهی

نمونه	دمای عملیّات حرارتی (°C)	سختی قبل از عملیّات حرارتی (HV)	قطر دانه‌ها (μm)	مساحت دانه ($μm^2$)	محیط دانه (μm)	تعداد دانه در ۱۰۰۰ $μm^2$
مرجع	–	۲۴۳/۳	۱۲/۷	۵۰۶/۷۱	۴۳/۶	۷/۸۲
نرماله شده	۸۶۰	۲۰۳	۸/۹۸	۲۵۳/۳۴	۳۰/۷	۱۵/۲۷
	۸۸۰	۱۹۶/۵	۹/۷۰	۲۹۵/۵۹	۳۵/۲	۱۲/۹۰
	۹۰۰	۱۹۳	۹/۷۶	۲۹۹/۲۶	۳۱/۲	۱۱/۸۰
	۹۲۰	۱۹۰	۱۰/۴	۳۳۹/۷۹	۳۳/۵	۱۱/۴۰
تاب‌کاری شده	۸۰۰	۱۸۰	۱۲/۶	۴۹۸/۷۶	۴۱/۷	۶/۹۷
	۸۲۰	۱۷۷	۱۳/۱	۵۳۹/۱۳	۴۲/۳	۶/۸۲
	۸۴۰	۱۷۶	۱۳/۳	۵۵۷/۷۲	۴۱	۶/۷۴
	۸۶۰	۱۷۲	۱۴/۲	۶۳۳/۴۷	۴۴/۳	۶/۲۳
	۸۸۰	۱۶۶	۱۴	۶۱۵/۷۵	۴۴/۲	۶/۱۳
	۹۰۰	۱۶۱	۱۴/۴	۶۵۱/۴۴	۴۵/۱	۴/۵۷

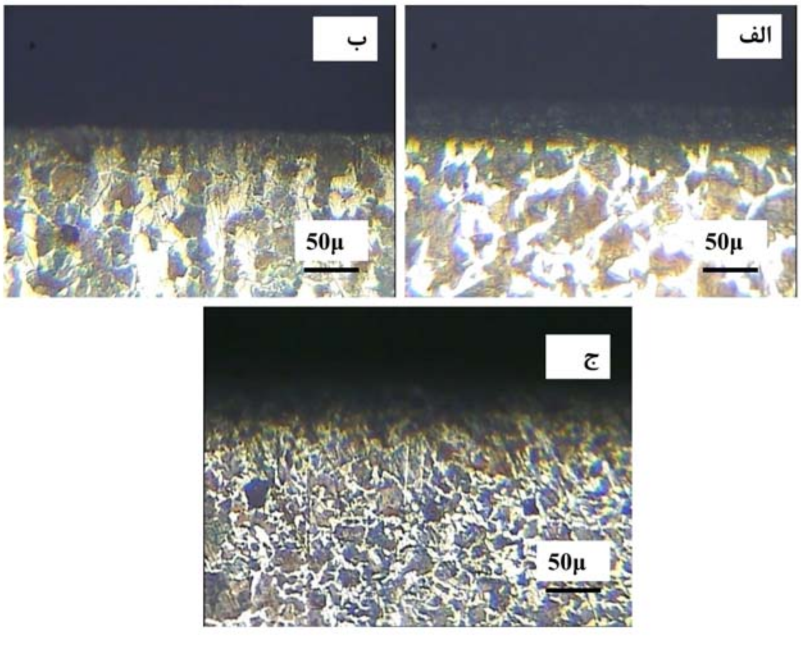
در شکل (٤)، نتایج بررسی پراش پرتوی ایکس به‌دست آمده از سطح نمونه ارائه شده است. بررسی مقطع نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده نیز حکایت از نفوذ نیتروژن در زیر لایه دارد، به‌گونه‌ای که می‌توان لایه‌ی نفوذی تشکیل شده را از زیر لایه تفکیک کرد. به‌عنوان مثال، تصویر سطح مقطع نمونه پس از نیتروژن‌دهی، در شکل (٥) نشان داده شده است. در این شکل دیده می‌شود که افزون بر نفوذ نیتروژن، تغییراتی هم در ساختار سطحی نمونه ایجاد شده است. به‌منظور تفکیک بهتر این تغییرات، سطح مقطع نمونه توسط میکروسکپ الکترونی روبشی بررسی شد. نتایج این بررسی در شکل (٦) دیده می‌شوند. مشاهدات حاکی از آن است که نفوذ نیتروژن در سطح موجب شکستن لایه‌های پرلیت شده است. این رفتار می‌تواند به‌دلیل نفوذ نیتروژن به پرلیت و تشکیل نیترو کاربید آهن ($Fe_3(C,N)$) باشد. همان‌طور که در شکل (٦) دیده می‌شود، نفوذ افزون بر ساختار پرلیت، مرزدانه را نیز تحت تأثیر قرار داده است، چرا که رسوب‌های نیترید آهن در مرز دانه‌ها مشاهده می‌شوند. بدیهی است که نفوذ مرز دانه‌ای در دماهای پایین، سریع‌تر از نفوذ حجمی است [17].

در تحقیقی که توسط محبوبی و عبدالوهابی انجام شده است، نشان داده شده است که با توجه به وابستگی ضریب‌های نفوذ حجمی و مرز دانه‌ای به دما، عمق نفوذ در این دو حالت متفاوت است. در دماهای پایین، با توجه به تحرّک کم اتم‌های نیتروژن، نفوذ از مسیرهایی با فشردگی کم‌تر (مانند مرز دانه‌ها) صورت می‌گیرد. بنابراین، اتم‌های نیتروژن در طول مرزها قادر خواهند بود تا در عمق بیش‌تری نسبت به نواحی فشرده‌تر (مانند دانه‌ها و با سازوکار نفوذ حجمی) نفوذ یابند. این در حالی است که با افزایش دما، تحرّک اتم‌های نیتروژن افزایش می‌یابد و نفوذ حجمی غالب می‌شود [18]. با توجه به این موضوع، عمق نفوذ نیتروژن به‌سمت درون نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. عمق‌های نفوذ نیتروژن، در جدول (۳) آمده‌اند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، سختی سطح نمونه‌ها با افزایش دمای نرماله کردن و تاب‌کاری افزایش می‌یابد. بنابراین، می‌توان گفت که افزایش دمای عملیّات حرارتی منجر به افزایش اندازه‌ی دانه می‌شود. با افزایش اندازه‌ی دانه، نفوذ حجمی بر نفوذ مرز دانه‌ای غالب می‌شود. با در نظر گرفتن این واقعیّت که نرخ نفوذ حجمی از نرخ نفوذ مرز دانه‌ای کم‌تر است، اتم‌های نیتروژنی که از سطح نمونه نفوذ می‌کنند، در نواحی نزدیک به سطح انباشته می‌شوند. انباشتگی اتم‌های نیتروژن در سطح نمونه، منجر به تشکیل نیترید آهن با غلظت بالایی از نیتروژن می‌شود ($Fe_{2-3}N$ به‌جای Fe_4N تشکیل می‌شود) [19]. $Fe_{2-3}N$ نوعی از نیترید با سختی بالاتر است و به این ترتیب، سختی سطح با تشکیل این نیترید افزایش می‌یابد [19]. این نتیجه در توافق با نتایج حاصل از پراش پرتوی ایکس است. این نتیجه، با استفاده از نتایج حاصل از عمق نفوذ نیز ثابت می‌شود. تحقیق دیگری که توسط آقاجانی و همکاران [13] نشان داده شده است که با انجام فرایندهای مختلف عملیّات حرارتی مانند تاب‌کاری و نرماله کردن می‌توان اندازه‌ی دانه را تغییر داد و در نتیجه، باعث افزایش یا کاهش نفوذ شد. در این مطالعه، مشخص شده است که با عملیات تاب‌کاری، اندازه‌ی دانه‌ها افزایش می‌یابد و در نتیجه، چگالی مرز دانه‌ها کاهش می‌یابد، به‌طوری که این کاهش، باعث کاهش مسیرهای مرجّح برای نفوذ نیتروژن می‌شود. در این حالت، سازوکار غالب، نفوذ حجمی است. این در حالی است که نفوذ از مسیر مرز دانه‌ها نیز ممکن است رخ دهد [13]. مرزهای دانه در فولادها بسیار صاف و مستقیم است، ولی در تاب‌کاری، افزایش دما باعث افزایش انحنای مرزهای دانه می‌شود. اگر چه رسوب در مرز دانه در دماهای بالا مشاهده نمی‌شود، ولی مرزها انحنای زیادی می‌یابند و مرزهای دندانه‌دار تولید می‌شوند. این

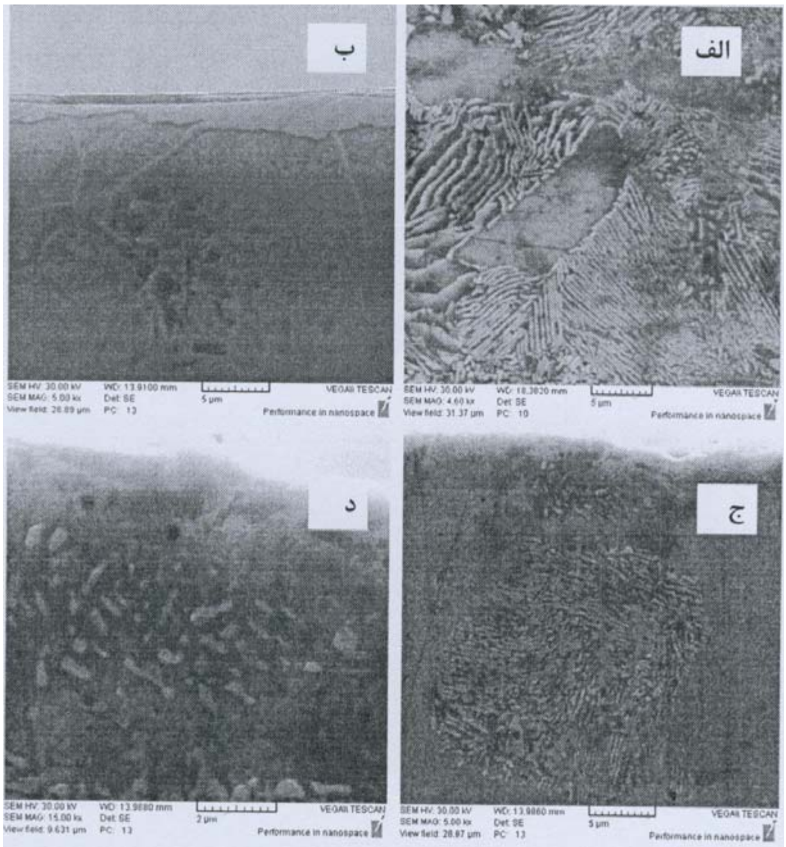
مرزهای دندانه‌دار با مهاجرت مرزها در دماهای انحلال بالا، تولید می‌شوند. دلیل دیگر، تأثیر ممانعت کنندگی رسوب‌ها (کاربیدها) می‌باشد [20]. این کاربیدها در مرزهای دانه باعث ایجاد مرزهای دندانه دار می‌شوند [20]. مرزهای دندانه‌دار از لغزش مرزهای دانه جلوگیری می‌کنند و باعث تغییر شکل دانه‌ها می‌شوند. افزون بر این، مرزهای دندانه‌دار مقاومت به خزش را بهبود می‌بخشند و نفوذ را از طریق مرزهای دانه افزایش می‌دهند [20]. در این مطالعه، عمق نفوذ نیتروژن در نمونه‌های تاب‌کاری شده افزایش نیافته است. بنابراین، به‌نظر می‌رسد که تاب‌کاری تأثیری در ماهیّت مرزهای دانه نداشته است و مرزهای دندانه‌دار را ایجاد نکرده است. افزون بر این، تأثیر ممانعت کنندگی نیتریدهای آهن را باید در نظر گرفت. با تولید این رسوب‌ها در مرزهای دانه، عمق نفوذ کاهش می‌یابد.



شکل ٤ طیف پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌ی مرجع پس از نیتروژن‌دهی.



شکل ٥ تصویرهای میکروسکپ نوری مربوط به مقطع نمونه‌های مرجع (الف)، تاب‌کاری شده در دمای ۸٦۰ °C (ب) و نرماله شده در دمای ۸٦۰ °C (پ).



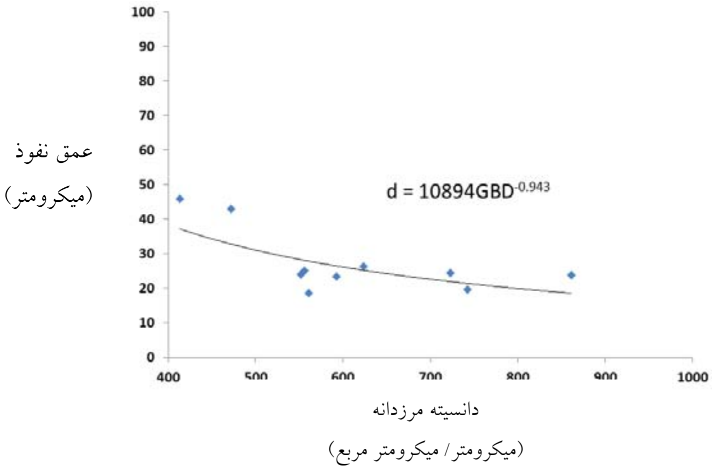
شکل ٦ تصویرهای میکروسکپ الکترونی روبشی مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده؛ الف) نمونه‌ی مرجع، ب) نرماله شده در دمای °C ۹۰۰ و پ و ت) تاب‌کاری شده در دمای °C ۹۰۰.

جدول ۳ سختی سطح و عمق نفوذ نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده

نمونه	دمای عملیّات حرارتی(°C)	سختی بعد از عملیّات حرارتی(HV ۰/۰۲۵)	عمق نفوذ (µm)
مرجع	–	۷۲٤	۲٦/۲٥
نرماله شده	۸٦۰	۷۸۲	۲۳/۸٦
	۸۸۰	۱۰۰۲	۱۹/٦۹
	۹۰۰	۱۰۰٦	۲٤/٤۲
	۹۲۰	۱۱٦۸	٤۰/۹٥
تاب‌کاری شده	۸۰۰	٤۷۳	۲٤/۱٥
	۸۲۰	۹۱۹	۱۸/٦٤
	۸٤۰	۸۹٤	۲۳/۳۷
	۸٦۰	۱۲٤٦	۲٥/۲
	۸۸۰	۱۰۰٦	٤۳/۰٥
	۹۰۰	۱۳۷۸	٤٥/۹٤

این در حالی است که با انجام عملیّات نرماله کردن، چگالی مرز دانه‌ها افزایش می‌یابد (با کاهش اندازه‌ی دانه). بنابراین، انتظار نفوذ بیش‌تری از مسیر مرزدانه‌ها وجود دارد و این، منجر به افزایش نفوذ می‌شود [13].

افزایش اندازه‌ی دانه در عملیّات تاب‌کاری و کاهش نفوذ ناشی از آن، در تحقیقی که توسط مَندل و مانُوا انجام شده است، نشان داده شده است [14]. نوع عیب‌های بلوری، در نفوذ حالت جامد بسیار مهم است. ساختارهای با فشردگی کم‌تر، باعث نفوذ سریع‌تر اتم‌ها می‌شوند. مرزهای دانه به‌دلیل انرژی بالاتر و ساختار بازتر، مکان مناسبی برای جوانه‌زنی و رشد رسوب‌ها هستند. بنابراین، نفوذ از طریق مرزهای دانه سریع‌تر از نفوذ حجمی در فلزات و سرامیک‌هاست [21]. در حالت کلی، ضریب نفوذ مرز دانه‌ای در هر دمایی بالاتر از ضریب نفوذ حجمی است. این تفاوت، با کاهش دما افزایش می‌یابد. در دماهای پایین‌تر، ضریب نفوذ مرز دانه‌ای اهمیّت بیش‌تری دارد و عمق نفوذ از مرزهای دانه بزرگ‌تر از عمق نفوذ حجمی است. با افزایش غلظت اتم‌های حل شده در مرز دانه، اتمها از مرزهای دانه به‌درون دانه‌ها نفوذ می‌کنند [17]. بنابراین، با کاهش اندازه‌ی دانه، سطح مرز دانه‌ی بیش‌تری برای نفوذ فراهم می‌شود و این، باعث مهم شدن نقش مرزهای دانه در فرایند نفوذ خواهد شد [19]. در مورد برخی از عناصر، مانند نیتروژن، که توانایی برهم کنش با زیر لایه را دارند، به‌نظر می‌رسد که در ابتدای فرایند، افزایش چگالی مرزهای دانه منجر به افزایش نفوذ می‌شود، ولی تشکیل نیتریدها در مرزهای دانه در نتیجه‌ی واکنش شیمیایی آهن و نیتروژن، به‌عنوان یک مانع نفوذ در ادامه‌ی فرایند عمل خواهد کرد [19]. در این حالت، سازوکار نفوذ از نفوذ مرز دانه‌ای به نفوذ حجمی یا ترکیبی از آن‌ها تغییر خواهد کرد. تصویرهای میکروسکپ الکترونی روبشی، این روند را نشان می‌دهند (شکل (٦)). همان‌طور که در این تصویرها دیده می‌شود، نفوذ حجمی از صفحه‌های پرلیت صورت می‌گیرد، امّا این صفحه‌ها مکان‌های مرجّحی برای نفوذ نیستند. از طرف دیگر، نفوذ حجمی باعث شکستن صفحه‌ها و تشکیل فروکربونیتریدها خواهد شد. بنابراین، کاهش نفوذ با کاهش اندازه‌ی دانه، با تشکیل نیتریدهای مرز دانه‌ای ارتباط پیدا می‌کند. با ترسیم تغییرات عمق نفوذ بر حسب چگالی مرز دانه (GBD)، مشاهده می‌شود که افزایش چگالی مرز دانه، باعث کاهش عمق نفوذ می‌شود. چگالی مرز دانه با ضرب کردن محیط یک دانه در تعداد دانه‌ها در هر ۱۰۰۰ میکرومتر مربع به‌دست می‌آید. این نتیجه با نتایج به‌دست آمده توسط سایر محققان [13,18]، در تضاد است. مطالعات قبلی نشان داده‌اند که عمق نفوذ با کاهش اندازه‌ی دانه و افزایش چگالی مرزهای دانه کاهش می‌یابد. این در حالی است که شکل (۷) نشان می‌دهد که افزایش چگالی مرزهای دانه، باعث کاهش عمق نفوذ می‌شود. همان‌طور که مشاهده می‌شود، رابطه‌ی $d = A \times GBD$ بین چگالی مرزهای دانه و عمق نفوذ برقرار است (که در آن، d، A، GBD و n به‌ترتیب عمق نفوذ، ثابت نفوذ نیتروژن، چگالی مرزهای دانه و توان نفوذ می‌باشد). مقدار n به‌دست آمده از این رابطه برابر با ۰/۹٤۳ می‌باشد.



شکل ۷ ارتباط بین عمق نفوذ و چگالی مرز دانه.

علامت منفی در توان رابطه $d = 10894\ GBD^{-0.943}$ نشان می دهد که دانسیته مرزدانه ها به صورت معکوس با عمق نفوذ در ارتباط است و بنابراین مقدار $|n|$ به ۱ نزدیک است. نشان می‌دهد که چگالی مرز دانه‌ها به‌صورت معکوس با عمق نفوذ در ارتباط است. بنابراین، مقدار $|n|$ به ۱ نزدیک است. وقتی n عددی بین ۰/۵ و ۱ می‌باشد، یک واکنش شیمیایی سازوکار کنترل کننده است [22]. این رفتار می‌تواند نشان‌دهنده‌ی این واقعیّت باشد که در مراحل اولیّه، نفوذ از مرز دانه‌ها به‌دلیل چگالی بالای آن‌ها، انجام می‌گیرد و افزایشِ زمان نیتروژن‌دهی، منجر به اشباع شدن مرزها از اتم‌های نیتروژن و تشکیل نیترید آهن در مرزهای دانه می‌شود. از آن‌جا که تشکیل نیترید آهن یک واکنش شیمیایی است، نزدیکی n به ۱ توجیه‌پذیر است. از تصویرهای میکروسکپ الکترونی روبشی می‌توان متوجه شد که نفوذ نیتروژن منجر به شکست لایه‌های پرلیت می‌شود. شکستن لایه‌های پرلیت، در نتیجه‌ی انتقال نفوذ نیتروژن از مرزهای دانه به درون دانه است. این فرایند تأیید می‌کند که نفوذ مستقل از تأثیر مرز دانه‌ها انجام گرفته است و به‌این ترتیب، به حالت حجمی تغییر یافته است. بنابراین، با در نظر گرفتن معادله‌ی حاصل از شکل (۷)، می‌توان نتیجه گرفت که در هر دمایی از نیتروژن‌دهی، نفوذ حجمی بر نفوذ مرز دانه ای برتری دارد. افزایش چگالی مرز دانه می‌تواند منجر به تشکیل نیتریدها و ایجاد موانع نفوذ در این نواحی شود. این رفتار به این علّت است که ضریب نفوذ نیتروژن در نیتریدهای آهن کم‌تر از ضریب نفوذ نیتروژن در آهن α یا مرزهای دانه است. افزون بر این، نتایج به‌دست آمده نتایج حاصل از سختی‌سنجی سطح را تأیید می‌کنند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، چگالی مرز دانه در دماهای بالاتر کم‌تر است و این باعث نفوذ حجمی نیتروژن می‌شود. در مورد نتایج سختی نیز این روند قابل مشاهده است.

نتیجه‌گیری

به‌کارگیری عملیّات حرارتی قبل از نیتروژن‌دهی، تأثیر زیادی در عمق نفوذ نیتروژن دارد، زیرا عملیّات حرارتی اندازه‌ی دانه و در نتیجه‌ی آن، مسیرهای نفوذ را تغییر می‌دهد. عمق نفوذ نیتروژن با انجام فرایندهای مختلف عملیّات حرارتی مانند نرماله کردن و تاب‌کاری قابل تغییر است.

در این تحقیق، یک معادله‌ی توانی برای تغییرات عمق نفوذ بر حسب چگالی مرز دانه پیشنهاد شد. این معادله نشان می‌دهد که کاهش اندازه‌ی دانه منجر به افزایش عمق نفوذ می‌شود.

مراجع

1. Edenhofer, B.,"Physical & Metallurgical aspects of ion nitriding- part 1", Heat treatment, Vol. 1, pp. 23-28, (1974).
2. Liu, C.L., Chu, P.k., Lin, G.Q. and Qi, M., "Anti-corrosion characteristics of nitride-coated AISI 316L stainless steel coronary stents", Surface & Coating Technology, Vol. 201, pp. 2802-2806, (2006).
3. Li, C.X. and Bell, T., "Corrosion properties of plasma nitride AISI 410 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions", Corrosion Science, Vol.48, pp. 2036-2049, (2006).
4. Li, C.X. and Bell, T., "Corrosion properties of active screen plasma nitrided316 austenitic stainless steel", Corrosion Science, Vol. 46, pp. 1527-1547,(2004).

5. Fossati, A., Borgioli, F., Galvanetto, E. and Bacci, T.," Glow-Discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment time", Surface & Coating Technology, Vol. 200, pp. 3511-3517, (2006).
6. Olzon-Dionysio, M., de Souza, S.D., Basso, R.L.O. and de Souza, S., "Application of Mössbauer spectroscopy to the study of corrosion resistance in NaCl Solution of plasma nitride AISI 316L stainless steel", Surface & Coating Technology, Vol. 202, pp. 3607-3614, (2008).
7. Karaoğlu, S., "Structural characterization and wear behavior of plasma-nitrided AISI 5140 Low-alloy steel", Material Characterization, Vol. 49, pp. 349-357, (2003).
8. Ashrafizadeh, F., "Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (ck45) steel", Surface & coating Technology, Vol. 1196, pp. 174-175, (2003).
9. Czerwiecu, T., Reneyier, N. and Michel, H., "Low-temperature plasma- assisted nitriding", Surface & Coating Technology, Vol. 131, pp. 267-277, (2000).
10. Hombeck, F. and Bell, T., "Environmentally harmless plasma thermochemical processes", Surface Engineering ,Vol. 7, pp. 45-52, (1997).
11. Gavrilijuk, V.G. and Berns, H., "High Nitrogen steels", springer, Berlin,(1999).
12. Tong, W.P., Tao, N.R., Wang, Z.B.,.Lu, J. and Lu, K., "Nitriding Iron at lower temperatures", Science, Vol. 31, pp. 686-688, (2003).
13. Aghajani, H., Madanipour, H., Soltanieh, M., Mahboubi, F. and Naseredini M., "Effect of Pre-heat treatment on Plasma Nitriding of Hot Work Tool Steel", 17th IFHT SE Congress ,Kobe, Japan, (2008).
14. Manova, D., Mandl, S., Neumann, H. and Rauschenbach, B., "Influence of grain size on nitrogen diffusivity in austenitic stainless steel", Surface & Coating Technology, Vol. 201, pp. 6686-6689, (2007).
۱۵. گلعذار م.ع.، "اصول و کاربرد عملیات حرارتی فولادها"، مرکز نشر دانشگاه صنعتی اصفهان، (۱۳۸۵).
16. .Mahboubi, F. and Fattah, M., "Duplex treatment of plasma nitriding and plasma oxidation of plain carbon steel", Vacuum, Vol. 79, pp. 1-6, (2005).
17. Porter, D.A. and Easterling, K.E., "Phase Transformations in Metals and Alloys", Nelson Thomes, (1992).
18. Mahboubi, F. and Abdolvahabi, K., "The effect of temperature on plasma nitriding behavior of DIN 1.6959 low alloy steel", Vacuum, Vol. 81, pp. 239-243, (2006).
19. Reed- Hill, R.E. and Abbaschian, R., "Physical Metallurgy Principles", Pws-Kent Pub, (1992).
20. Koul, A.K. and Thamburaj, R., "Serrated grain boundary formation potential of Ni-Based superalloys and its implications", Metallurgical Transaction A, Vol. 16A, pp. 17-26, (1985).
21. Smith, W.F., "Principles of materials science and engineering", McGraw-Hill, (1990).
22. Xu L., Cu Y.Y., Hao Y.L., Yang R., "Growth of intermetallic layer in multi-laminated Ti/Al diffusion couples", Materials science and Engineering A, Vol. 435-436, pp. 638-647, (2006).